

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-060420

(43)Date of publication of application : 15.03.1991

(51)Int.Cl.

C01B 33/141
B01J 13/00
C04B 14/06
C09K 3/14
D21H 19/38
// D06M 11/00
D06M 11/79
D06M 13/184
D06M 13/325

(21)Application number : 02-068568

(71)Applicant : CABOT CORP

(22)Date of filing : 20.03.1990

(72)Inventor : MILLER DENNIS G
MOLL WILLIAM F

(30)Priority

Priority number : 89 326890 Priority date : 21.03.1989 Priority country : US

(54) AQUEOUS COLLOIDAL DISPERSION OF FUMED SILICA

(57)Abstract:

PURPOSE: To improve stability by dispersing specific amts. of fumed SiO₂ an acid and a stabilizer into water.

CONSTITUTION: The water is charged into a high shearing mixer. The acid selected from hydrochloric acid, sulfuric acid or acetic acid, etc., is then added thereto at about 0.0025 to 0.50 wt.% on the basis of the weight of the fumed SiO₂ to be added. While the mixer is kept operating, the fumed SiO₂, having a surface area below about 75m²/g is added thereto in the amt. to attain a concn. of about 60 wt.%, by which the first dispersion is formed. The additional water is thereafter added thereto to dilute the dispersion and to prepare the aq. colloidal dispersion of the concn. of at least about 40 wt.%, following which the stabilizer like alkali, such as NH₄OH, or amine, such as triethyl amine, is added to the dispersion and the pH of the final dispersion is adjusted to about 7 to 12. The aq. colloidal dispersion of the fumed SiO₂ is thus obtd.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2949633号

(45) 発行日 平成11年(1999) 9月20日

(24) 登録日 平成11年(1999) 7月9日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I
C 0 1 B 33/141		C 0 1 B 33/141
B 0 1 J 13/00		B 0 1 J 13/00 B
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14 5 5 0 D
// D 0 6 M 11/79		D 0 6 M 13/325
13/325		D 2 1 H 1/22 B

請求項の数21(全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平2-68568	(73) 特許権者	999999999 カボット コーポレイション アメリカ合衆国, マサチューセッツ 02254-9073, ウォルサム, ビー. オー. ボックス 9073, ウィンター ストリート 950
(22) 出願日	平成2年(1990) 3月20日	(72) 発明者	デニス ジー. ミラー アメリカ合衆国, イリノイ 61801, アーパナ, イーグル リッジ 1706
(65) 公開番号	特開平3-60420	(72) 発明者	ウィリアム エフ. モル アメリカ合衆国, イリノイ 60014, クリスタル レイク, プラマー サークル 7222
(43) 公開日	平成3年(1991) 3月15日	(74) 代理人	弁理士 青木 朗 (外3名)
審査請求日	平成9年(1997) 3月21日	審査官	関 美祝
(31) 優先権主張番号	3 2 6 8 9 0		
(32) 優先日	1989年3月21日		
(33) 優先権主張国	米国 (U S)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ヒュームドシリカの水性コロイド分散液

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 固形物を多く含むヒュームドシリカ水性コロイド分散液の製造方法であって、前記水性コロイド分散液の連続する水相の少なくとも一部分を規定する水の量を準備し、前記コロイド分散液の不連続相を形成するように、ヒュームドシリカの濃度を少なくとも40重量%に予め選定し、前記予め選定した濃度を達成するために必要なヒュームドシリカの重量基準で0.0025~0.5重量%に対応する量の鉱酸または有機酸を前記水の量に混合して、予め酸性とし、前記予め選定した濃度を達成するために少なくとも十分な量で、かつ酸性のヒュームドシリカ水性分散液を生成するために十分に高い剪断性の混合条件で、前記予め酸

2

性とした水の量にヒュームドシリカを分散させ、この酸性のヒュームドシリカ水性コロイド分散液に、そのpHを7.0~12.0に上昇させるために十分な量のpH安定剤を混合し、かつ生成した安定なヒュームドシリカ水性コロイド分散液を捕集して生成物とし、この分散液が少なくとも1日間はゲル化せず、1000c.p.未満の粘度を有し、かつ非膨潤性であることを特徴とするヒュームドシリカ水性コロイド分散液の製造方法。
【請求項2】 ヒュームドシリカが40~65重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。
【請求項3】 ヒュームドシリカが40重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。
【請求項4】 ヒュームドシリカが45重量%存在する、請求項1記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 5】ヒュームドシリカが 50 重量% 存在する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 6】ヒュームドシリカが 55 重量% 存在する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 7】ヒュームドシリカが 60 重量% 存在する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 8】ヒュームドシリカが 65 重量% 存在する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 9】酸が鉱酸及び有機酸からなる群から選ばれる、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 10】酸が塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、酢酸及びマレイン酸からなる群から選ばれる、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 11】酸が塩酸である、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 12】酸がヒュームドシリカの重量基準で 0.02 ~ 0.15 重量% の量で存在する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 13】安定剤がアルカリ及びアミンからなる群から選ばれる、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

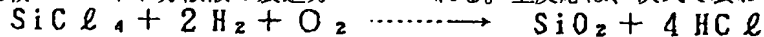
【請求項 14】安定剤が水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウム、トリエチルアミン、及びジメチルエタノールアミンからなる群から選ばれる、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 15】安定剤が水酸化アンモニウムである、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 16】安定剤が水酸化アンモニウムである、請求項 11 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 17】分散液の pH を 7.5 ~ 11 に上昇させる量の安定剤を加える、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 18】ヒュームドシリカが $75 \text{ m}^2/\text{g}$ 未満の比表面積を有する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。



この方法に於いて、シリカのサブミクロンの大きさの溶融球体が生成される。これらの粒子は、衝突し融合して、長さ 0.1 ~ 0.5 ミクロンの三次元の分枝した鎖状の凝集物を形成する。冷却が非常に早く起こり、粒子の成長を制限し、ヒュームドシリカが無定形であることを確実にする。これらの凝集物は、順に 0.5 ~ 44 ミクロン (325 米国メッシュ) の大きさの範囲の凝集物を形成する。ヒュームドシリカは、一般に非常に高い純度を有し、全不純物が多くの場合 100 ppm (一万分の一) 未満である。この高純度が、ヒュームドシリカ水性分散液を多くの用途に特に有利にする。

多くの用途に関するその他の考慮事項は、グリット (微細粒子) が不純物の主な源であることから、グリッ

* 法。

【請求項 19】ヒュームドシリカが $10 \sim 75 \text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 20】ヒュームドシリカが $50 \text{ m}^2/\text{g}$ の比表面積を有する、請求項 1 記載のコロイド分散液の製造方法。

【請求項 21】前記分散工程において、予め酸性にした水の量に分散させたヒュームドシリカの量を、最終分散生成物の前記予め選定したシリカ濃度より少なくとも 5 % 多くし; かつ

前記分散工程の後で、かつ前記安定化工程の前に、前記酸性コロイド分散液に十分な追加量の水を混合して、前記予め選定したシリカ濃度に希釈した生成物である、請求項 1 記載のコロイドシリカ分散液の製造方法。

【発明の詳細な説明】

〔発明の産業上の利用分野〕

本発明は、ヒュームドシリカ (fumed silica)、酸及び安定剤の水性コロイド分散液の製造方法が開示される。

〔従来の技術及び発明が解決しようとする課題〕

極めて小さい粒径のヒュームドシリカには多くの用途があり、ここで水性コロイド分散液の形態でヒュームドシリカを適用することが都合がよい。このような用途は滑り止め床ワックス、発泡ゴムラテックス、紙被覆物、光学繊維及び石英ガラス器の製造のためのゾルーゲルプロセス、並びに断熱材を含む。また、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が、摩擦性付与 (frictionizing) 及び研磨に利用される。また、ヒュームドシリカを水と組合せて水性コロイド分散液を生成することにより、貯蔵または輸送のためヒュームドシリカを稠密にすることが都合がよい場合が多くある。

ヒュームドシリカは、一般に水素-酸素炎中で四塩化ケイ素の如きクロロシランの気相加水分解により製造される。全反応は、次式で表わされる。

トをヒュームドシリカの水性分散液から除去することである。また、グリットは分散液の多くの適用を妨害することがある。例えば、ラテックスゴムの凝固に際し、グリットはゴムの構造中の欠陥の形成をもたらす、そして半導体の単結晶の研磨に際し、グリットは引っかきを生じることがある。こうして、水性分散液は高純度であることが一般に望ましい。純度を上げるための一つの方法は、グリット及びその他の不純物を除去するために水性コロイド分散液をフィルターに通すこと (濾過とも云われる) である。水性コロイド分散液が濾過可能であるためには、コロイド分散液の粘度は充分低い必要があり、しかもコロイド分散液はコロイド分散液が所望のフィルターを通過させるために非膨潤性である必要がある。本

発明の目的のため、非膨潤性分散液は、1000ミクロン以下の孔径を有するフィルターを通過する分散液である。

上記の如く、フィルターを通過する分散液の能力は、また分散液の粘度に関係する。フィルターが微細である程、即ちフィルターの孔径が小さい程、フィルターを通過するためには、水性コロイド分散液の粘度は低いことが必要である。当業者に理解されるように、純度を上げるためには、コロイド分散液は、出来るだけ微細なフィルターを通されるべきである。こうして、低粘度を有する水性コロイド分散液を製造することが、一般に有利である。本発明の目的には、低粘度は約1000センチポイズ未満の粘度である。

また、上記の用途及びその他の潜在的な用途に有益であるためには、水性コロイド分散液は固体にゲル化してはならない。ゲル化に抵抗する水性コロイド分散液の能力は、一般に水性コロイド分散液の安定性と称される。一層安定な水性コロイド分散液は、一層安定でない水性コロイド分散液程早くにはゲル化しない。

〔課題を解決するための手段〕

本発明は、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液であって、水中に分散された、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ、ヒュームドシリカの重量基準で約0.0025重量%～約0.50重量%の量の酸、分散液のpHを約7～約12に上げるのに充分な安定剤を含んでなる、上記の水性コロイド分散液である。

また、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液、特に少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する水性コロイド分散液が、開示される。本発明によれば、ヒュームドシリカの安定な非膨潤性の低粘度の濾過可能な水性コロイド分散液は、第一分散液の重量基準のヒュームドシリカ濃度が最終分散液中に所望されるシリカの量を越えるような量で、ヒュームドシリカをミキサー中で酸-水溶液中に分散し、ミキサー中の第一分散液を、得られる最終分散液が所望の濃度のヒュームドシリカを含むように、追加量の水で希釈し、ついで安定剤を添加してヒュームドシリカ、酸及び安定剤の最終水性コロイド分散液のpHを約7～約12、好ましくは約7.5～約11に調節することにより製造される。この得られる最終分散液は、必要により濾過されてグリット及び凝集物を除去してもよい。

ヒュームドシリカは、水単独中よりも早く水-酸溶液中に湿潤し混合する。また、分散液は安定剤の添加により酸性pHからアルカリ性pHに調節されるので、酸の添加はミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液の粘度を低下する。低下された粘度は、分散液のpHが安定剤により上げられるので、分散液がゲル化することを防止することを助ける。

ヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するため、本発明の方法は、如何なる比表面積を有するヒュームドシリカを用いても利用し得る。しかしながら、本発

明に従って少なくとも40重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するためには、好ましくは約75m²/g以下、更に好ましくは約10m²/g～約75m²/g、最も好ましくは約35m²/g～約60m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカが使用される。

本発明の方法の利点は、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤を含む得られる水性コロイド分散液が安定であり、しかも非膨潤性であることである。本発明の目的のため、“安定な”という用語は、分散液が少なくとも1日の期間でゲル化しないことを意味する。典型的には、本発明の方法に従って製造されたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は、少なくとも1週間、好ましくは数週間、更に好ましくは数ヶ月～数年の期間にわたって安定である。先に説明したように、本発明の目的のために、“非膨潤性”という用語は、1000ミクロン以下の孔径のフィルターをゲル化しないで通過する分散液の能力を表わす。典型的には、本発明の方法に従って製造されたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は、250ミクロン以下の孔径のフィルター、好ましくは25ミクロン以下の孔径のフィルター、更に好ましくは10ミクロン以下の孔径のフィルターを通過する。典型的には、本発明の方法に従って製造されたヒュームドシリカの水性コロイド分散液の“低粘度”は、約1000センチポイズ未満、好ましくは約250センチポイズ未満である。

本発明の別の利点は、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液が数ヶ月～数年の期間にわたって安定であり、低粘度を有し、しかも非膨潤性であることである。低粘度及び非膨潤性は、水性コロイド分散液が微細なフィルター通過することを可能にする。

本発明の更に別の利点は、以下の本発明の更に詳細な説明から明らかになる。

〔発明の詳細な説明〕

本発明によれば、ミキサーは、一般に約50%までの量の水、好ましくは脱イオンされた水が仕込まれ、酸が水に添加される。使用されるミキサーは、当業界に一般に知られる高剪断ミキサーのような、分散液を生成し得る高剪断ミキサーであることが好ましい。酸は塩酸、硫酸、硝酸、リン酸、酢酸またはマレイン酸の如き、鉱酸または有機酸であってもよい。水に添加される酸の量は、水に添加されて最終水性コロイド分散液を生成するヒュームドシリカの量を基準とする。一般に、水に添加される酸の量は、水に添加されるヒュームドシリカの重量基準で約0.0025重量%～約0.50重量%、好ましくは約0.02重量%～約0.15重量%の量である。水への酸の添加後、ミキサーが運転されて酸及び水を混合して水-酸溶液を生成し得る。

ミキサー中に初期に仕込まれる水の比率(%)は、明らかに変化し得る。しかしながら、以下の説明から明ら

かなように、ヒュームドシリカ及び追加の水を添加する余地が、ミキサー中に残されるべきである。選ばれる水の初期の量は、通常、添加されるヒュームドシリカの量及び水性コロイド分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃度を基準とする。後えば、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液の所望の最終濃度が約50重量%のヒュームドシリカであり、ヒュームドシリカ100ポンド (45.4kg) がミキサーに添加される場合、水の初期の量は、ミキサー中に50重量%より大きいヒュームドシリカの濃度を生じる量である。典型的には、本発明の方法では、希釈前のミキサー中の分散液は、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃度よりも少なくとも約5%大きいヒュームドシリカ濃度を有する。その後、ミキサー中の水性コロイド分散液は、追加量の水の添加により希釈されて、分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃度約50重量%を得る。

ミキサーに水が仕込まれ、酸が水に添加された後、ヒュームドシリカがミキサー中の水-酸溶液に添加される。ヒュームドシリカは、ミキサーが運転している間に、ヒュームドシリカを水-酸混合物中に混合することにより添加されてもよく、あるいはヒュームドシリカを水-酸混合物に添加し、ついでミキサーを運転することにより添加されてもよい。また、ヒュームドシリカは、ミキサーが各工程間で運転している一連の工程に於いて、漸増的に添加されてもよい。

前記の如く、本発明の方法は、如何なる比表面積を有するヒュームドシリカを用いても利用し得る。少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するためには、約75m²/g未満の比表面積を有するヒュームドシリカが使用されることが好ましい。約10m²/g～約75m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカが使用されることが更に好ましく、少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を生成するためには、約35m²/g～約60m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカが使用されることが最も好ましい。

ミキサーへのヒュームドシリカの添加または夫々の添加の直接の効果は、ミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液を増粘することである。しかしながら、ミキサーが運転し続けると、ミキサー中のヒュームドシリカの水性分散液は低粘度になる。

ミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液中のヒュームドシリカの濃度 (重量基準) がヒュームドシリカの所望の最終濃度 (重量基準) より高い点まで上昇された後、ミキサー中の分散液が低粘度になるまでミキサーが運転される。先に説明したように、希釈前のミキサー中の分散液は、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液中のヒュームドシリカの所望の最終濃度よりも少なくとも約5%大きいヒュームドシリカ濃度を有する。ついで、追加量の水がミキサーに添加されてミキサー中の

分散液を希釈する。この追加の水は脱イオンされていることが好ましい。ついで、追加の水が、ミキサーを運転することにより、ミキサー中の水性コロイド分散液に混合される。添加される水の量は、分散液に添加される安定剤を考慮して、ミキサー中のヒュームドシリカの水性コロイド分散液のヒュームドシリカの濃度 (重量基準) を所望の最終濃度に低下する量である。

追加の水が添加された後、アルカリまたはアミンの如き安定剤が、最終分散液のpHを約7～約12、好ましくは約7.5～約11に調節する量でヒュームドシリカの水性コロイド分散液に添加される。最終分散液に選ばれる特別なpHは、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が設計される用途に依存する。好適な安定剤は、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化アンモニウム、トリエチルアミン、及びジメチルエタノールアミンの如き、アルカリまたはアミンを含むが、これらに限定されない。

安定剤の添加後、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が、ミキサーから取り出され、当業界で一般に知られている方法のいずれかで、貯蔵され、または輸送のために包装し得る。また、所望により、ヒュームドシリカの水性コロイド分散液が、フィルターに通されグリット及び凝集したヒュームドシリカ粒子を除去してもよい。

本発明の方法は、あらゆるヒュームドシリカ濃度の、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の安定な非膨潤性の低粘度の高純度の濾過可能な水性コロイド分散液の製造を可能にする。少なくとも約40重量%のヒュームドシリカ濃度、更に好ましくは約40重量%～約65重量%のヒュームドシリカ濃度を有する水性コロイド分散液が調製し得ることは、特に注目し得る。ヒュームドシリカ、酸及び安定剤を含む得られる水性コロイド分散液は、非膨潤性であり、低粘度を有し、しかも数ヶ月～1年以上の期間にわたって安定である。

本発明の有効性及び利点は、以下の実施例により更に説明される。以下の実施例は、夫々約40重量%及び約65重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液の製造を説明する。しかしながら、これらの実施例に使用されるヒュームドシリカ、酸、安定剤、及び水の量は、45重量%、50重量%、55重量%、及び60重量%のような異なるヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を製造するように変え得ることが明らかである。

実施例 1

以下の実施例は、分散液を生成し得る100ガロン (379ℓ) の容量の高剪断ミキサーを用いる、約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカ、酸、及び安定剤の水性コロイド分散液の調製を説明する。

高剪断ミキサーに40ガロン (152ℓ) の水を最初に仕込み、約1.35ポンド (0.613kg) の37% HCl溶液 (これ

はミキサーに添加されるヒュームドシリカの重量基準で約0.27重量%の量である)を水に添加する。約50m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカ約500ポンド(227kg)を、ミキサーが運転している間に、1回に100ポンド(45.4kg)ずつミキサーに徐々に添加して、約60重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液をミキサー中に生成する。この時点で、47ガロン(178ℓ)の追加の水を、ミキサーが運転している間に、ミキサーに徐々に添加して、約41重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を生成する。充分な量の水酸化アンモニウム(この場合には、約2.8ガロン(10.6ℓ)の30%の水酸化アンモニウム溶液である)を、このヒュームドシリカの水性コロイド分散液に添加して、分散液のpHを約10.4に調節する。水酸化アンモニウムの添加後、得られたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は約40重量%のヒュームドシリカ濃度を有し、必要により濾過されてグリットまたは凝集粒子を除去してもよい。水性コロイド分散液の濾過は、ヒュームドシリカ濃度を約0.5重量%未満だけ変化する。濾過もしくは未濾過の、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液は、当業界で一般に知られている方法のいずれかで、貯蔵され、及び/または輸送のために包装されてもよい。

実施例 2

以下の実施例は、分散液を生成し得る100ガロン(379ℓ)の容量の高剪断ミキサーを用いる、約65重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液を調製を説明する。

高剪断ミキサーに、水26ガロン(99ℓ)を最初に仕込み、約1.35ポンド(0.613kg)の37% HCl溶液(これはミキサーに添加されるヒュームドシリカの重量基準で約0.27重量%の量である)を水に添加する。約50m²/gの比表面積を有するヒュームドシリカ約500ポンド(227kg) *

を、ミキサーが運転している間に、1回に100ポンド(45.4kg)ずつ、ミキサーに徐々に添加して、約70重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液をミキサー中に生成する。この時点で、4.2ガロン(15.9ℓ)の追加の水を、ミキサーが運転している間に、ミキサーに徐々に添加して、約66.5重量%のヒュームドシリカ濃度を有するヒュームドシリカの水性コロイド分散液を生成する。充分な量の水酸化アンモニウム(この場合には、約2.8ガロン(10.6ℓ)の30%の水酸化アンモニウム溶液である)を、このヒュームドシリカ水性コロイド分散液に添加して、分散液のpHを約10.4に調節する。水酸化アンモニウムの添加後、得られたヒュームドシリカの水性コロイド分散液は、約65重量%のヒュームドシリカ濃度を有し、必要により濾過されてグリットまたは凝集粒子を除去してもよい。水性コロイド分散液の濾過は、ヒュームドシリカ濃度を約0.5重量%未満だけ変化する。濾過もしくは未濾過のヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液は、当業界で一般に知られた方法のいずれかにより、貯蔵されてもよく、及び/または輸送のために包装されてもよい。

同様の結果が、実施例 1 及 2 の操作に従うことにより、かつミキサーに仕込まれる水の初期の量、酸の量、及びミキサーに添加される水の量を変えて45重量%、50重量%、55重量%、及び60重量%のヒュームドシリカ濃度を有する、ヒュームドシリカ、酸及び安定剤の水性コロイド分散液を製造することにより、得られた。

多くの改良及び変化が、本発明から逸脱しないで、上記の実施例になし得ることが明らかである。従って、本明細書に記載された本発明の形態は例示であるにすぎず、本発明の範囲を限定することを目的とするものではないことが明らかに理解されるべきである。本発明は、特許請求の範囲に入る全ての改良を含む。

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁶

D 2 1 H 19/38

識別記号

F I

D 0 6 M 13/34

(56) 参考文献 特開 昭60-127216 (J P, A)

特開 昭62-270414 (J P, A)

(58) 調査した分野(Int. Cl.⁶, D B名)

C01B 33/00 - 33/193

B01J 13/00

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER: _____**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.